



DENSIFIKASI KOMPOSIT KERAMIK BERBASIS SiO_2 - MgO DENGAN PENAMBAHAN B_2O_3 PADA TEMPERATUR SINTER 1150°C

Tugas Akhir
Oleh : Fahad

Pembimbing: Drs. Suminar Pratapa, M. Sc., Ph. D

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Kampus ITS Sukolilo, Surabaya
60111



LATAR BELAKANG

Potensi SDA



**Pasir Tanah Laut,
Kalimantan Selatan**



Kandungan Silika



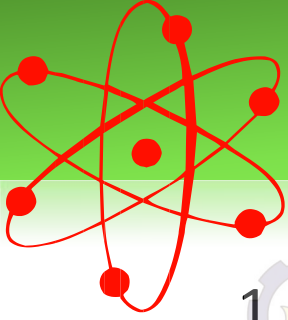
Seal Fuel Cell

**Penelitian Aristia, 2013
dan
Istiqomah, 2013**

**Penelitian Hakim, 2013
dan
Hidayat, 2013**

**Penambahan MgO
10% pada Temperatur
1150°C yang cocok
untuk KET Seal**

**Disarankan
Menambahkan aditif
 B_2O_3 untuk
menurunkan
Porositas**



PERMASALAHAN

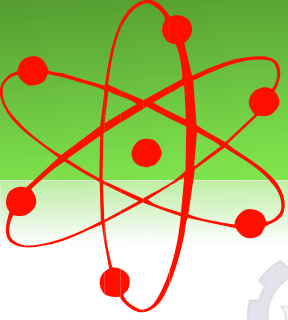
1. Apa sajakah kandungan unsur dari pasir Tanah Laut dan Bagaimana cara “memurnikan” pasir Tanah Laut untuk mendapatkan kadar silika yang tinggi?
2. Bagaimana komposisi fasa komposit keramik berbasis SiO_2 -MgO dengan variasi penambahan aditif B_2O_3 disinter pada temperatur 1150°C ?
3. Bagaimana karakteristik sifat fisis dan ekspansi termal komposit keramik berbasis SiO_2 -MgO dengan variasi penambahan aditif B_2O_3 pada temperatur 1150°C ?



TUJUAN

- ☐ Mengetahui kandungan unsur pada pasir Tanah Laut dan memurikannya.
- ☐ Mengetahui komposisi fasa komposit keramik berbasis SiO_2 - MgO dengan variasi penambahan aditif B_2O_3 pada temperatur 1150°C .
- ☐ Mengetahui nilai porositas dan koefisien ekspansi termal komposit keramik berbasis SiO_2 - MgO dengan variasi penambahan aditif B_2O_3 pada temperatur 1150°C .





BATASAN MASALAH

Batasan masalah pada penelitian tugas akhir ini terfokus pada :

- Identifikasi unsur pada pasir Tanah Laut.
- Pemurnian silika pada pasir Tanah Laut.
- Komposisi fasa komposit SiO_2 - MgO dengan variasi B_2O_3 .
- Densitas, porositas dan nilai koefisien ekspansi termal yang disinter pada temperatur 1150°C .

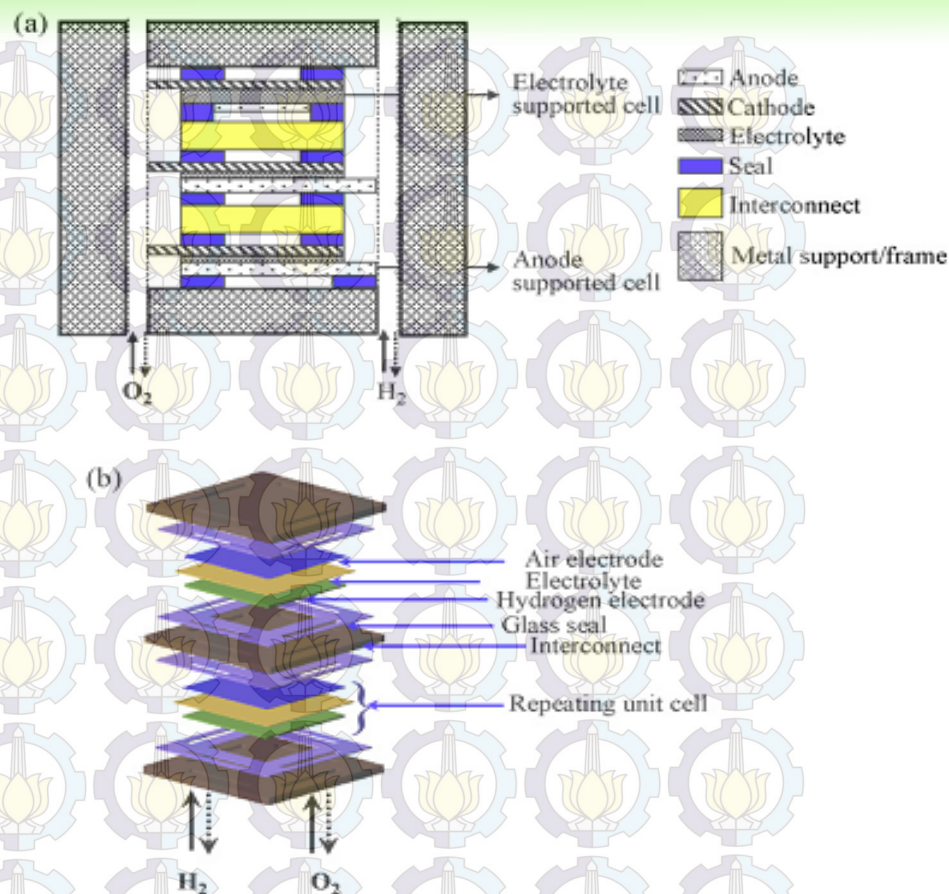


Seal Fuel cell

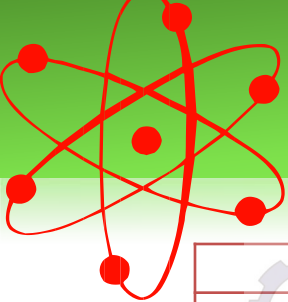
Fungsi:

Seal fuel cell diperlukan pada tepi elektrode, elektrolit dan interkoneksi, serta pada bagian antar *cell* untuk:

- Mengikat *cell stacks*
- Menghindari tercampurnya gas pada anoda dan katoda



Ilustrasi Posisi *Seal Fuel Cell* pada SOFC/SOEC dengan H_2 sebagai *Fuel*:
(a) Tampak Penampang (b) Tampak 3 Dimensi. (Mahapatra dan Lu, 2010)



Persyaratan Material *Seal Fuel cell*

Sifat	Persyaratan	
Termal	Memiliki koefisien ekspansi termal antara $9,5-12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$.	<input checked="" type="checkbox"/>
	Secara termal stabil selama 5000 jam untuk aplikasi mobile, dan 50.000 jam untuk aplikasi stasioner pada temperatur operasi antara $650-900^{\circ}\text{C}$.	<input type="checkbox"/>
Kimia	Tahan terhadap penguapan dan perubahan komposisi pada oksidasi dan pengurangan atmosfer pada $650-900^{\circ}\text{C}$.	<input checked="" type="checkbox"/>
	Tidak bereaksi dengan komponen fuel cell yang lain.	<input type="checkbox"/>
Mekanik	Dapat menahan beban statis dan dinamis eksternal selama beroperasi.	<input type="checkbox"/>
	Tahan terhadap kegagalan siklus termal selama fuel cell mulai beroperasi (dinyalakan) dan dimatikan.	<input type="checkbox"/>
Listrik	Resistivitas listrik $\geq 104\Omega$ pada temperatur operasi fuel cell	<input type="checkbox"/>
	Resistivitas listrik lebih besar daripada $500\Omega\text{ cm}$ di antara cell dan stack pada kondisi operasi	<input type="checkbox"/>
Sealing ability	Sealing load $< 35\text{ kPa}$	Porositas Rendah
	Tahan pada tekanan $14-35\text{ kPa}$	
	Total kebocoran fuel $< 1\%$	
Fleksibilitas fabrikasi	Desain yang fleksibel, biaya proses yang rendah dan ketahanan yang tinggi.	<input checked="" type="checkbox"/>

(Mahapatra dan Lu, 2010).



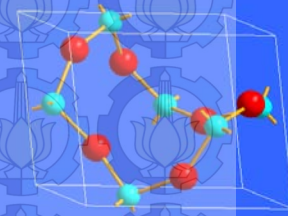
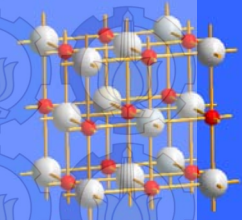
TINJAUAN PUSTAKA

❑ Keramik Berbasis Silika (SiO_2)

**Komposit Keramik Berbasis
 SiO_2 -MgO**

**Penambahan B_2O_3 yang
Bersifat Amorf berfungsi
sebagai penutup porositas
karena bahan keramik tersebut
memiliki titik leleh yang
rendah sebesar 450°C (WANG
et al., 2010)**

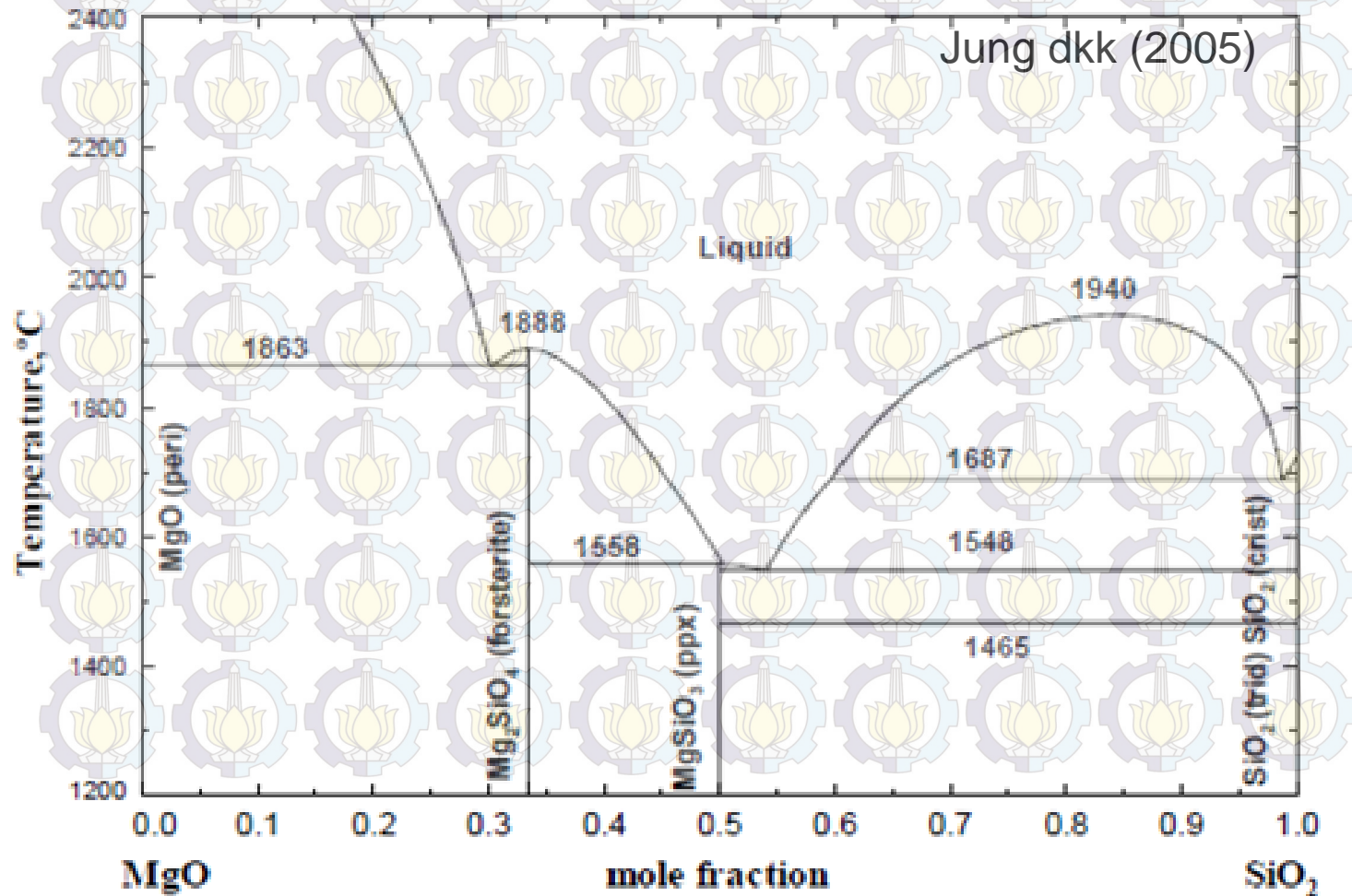
**Gambar Struktur kristal
 MgO (Periklas)**

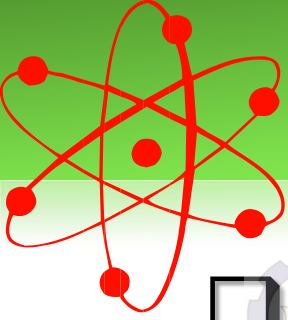


**Gambar Struktur kristal
 SiO_2 (Kuarsa)**

TINJAUAN PUSTAKA

□ Diagram Fasa (SiO_2 - MgO)





TINJAUAN PUSTAKA

□ Data KET

Fasa	Formula	KET (ppm/°C)
Kuarsa	SiO_2	11,2
Enstatit	MgSiO_3	12
Klinoesntatit	MgSiO_3	13,5
Protoenstatit	MgSiO_3	9,8
Forsterit	Mg_2SiO_4	9,4
Periklas	MgO	13,5

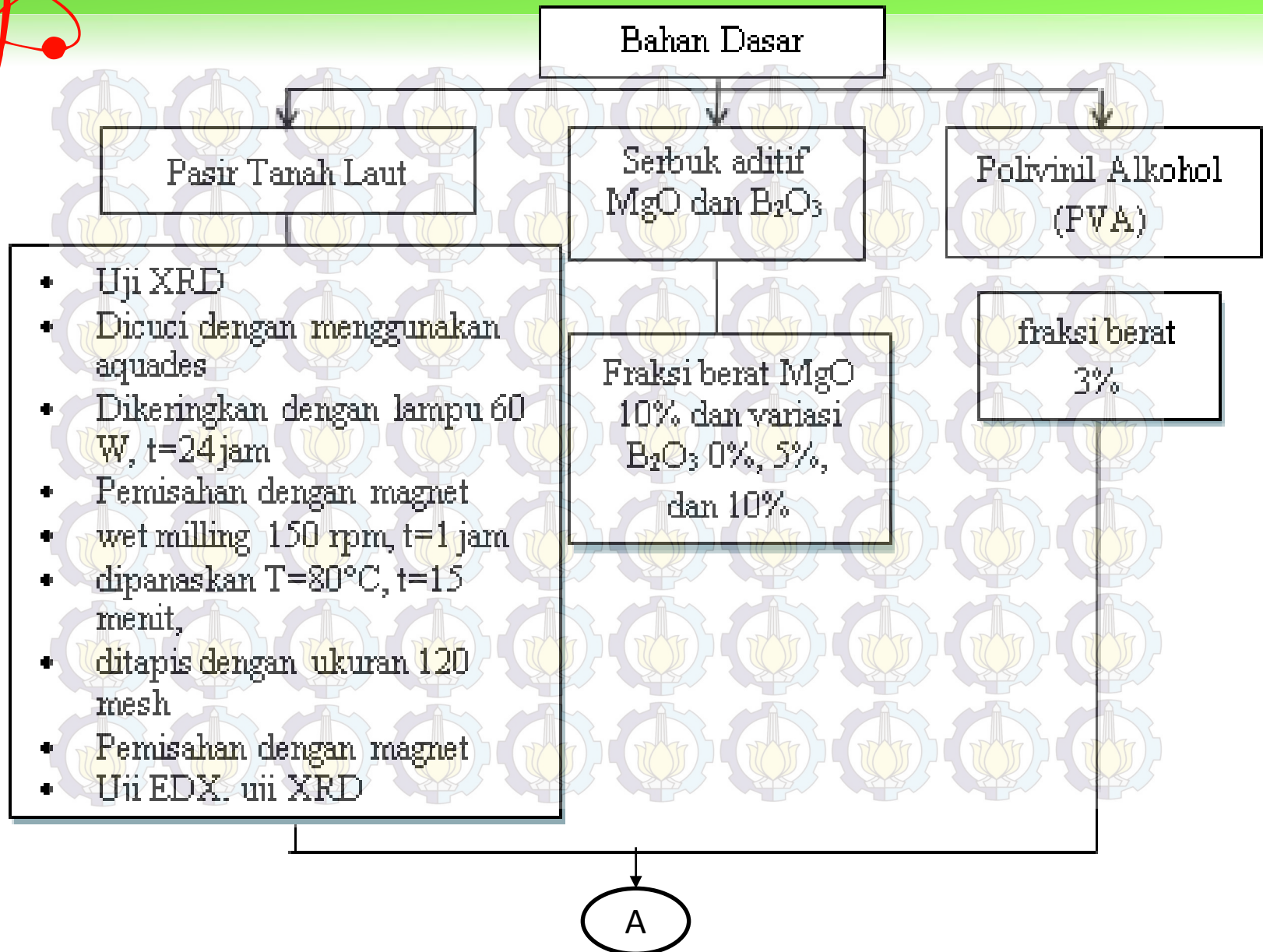
(Mahapatra and Lu, 2010)

METODOLOGI PERCOBAAN



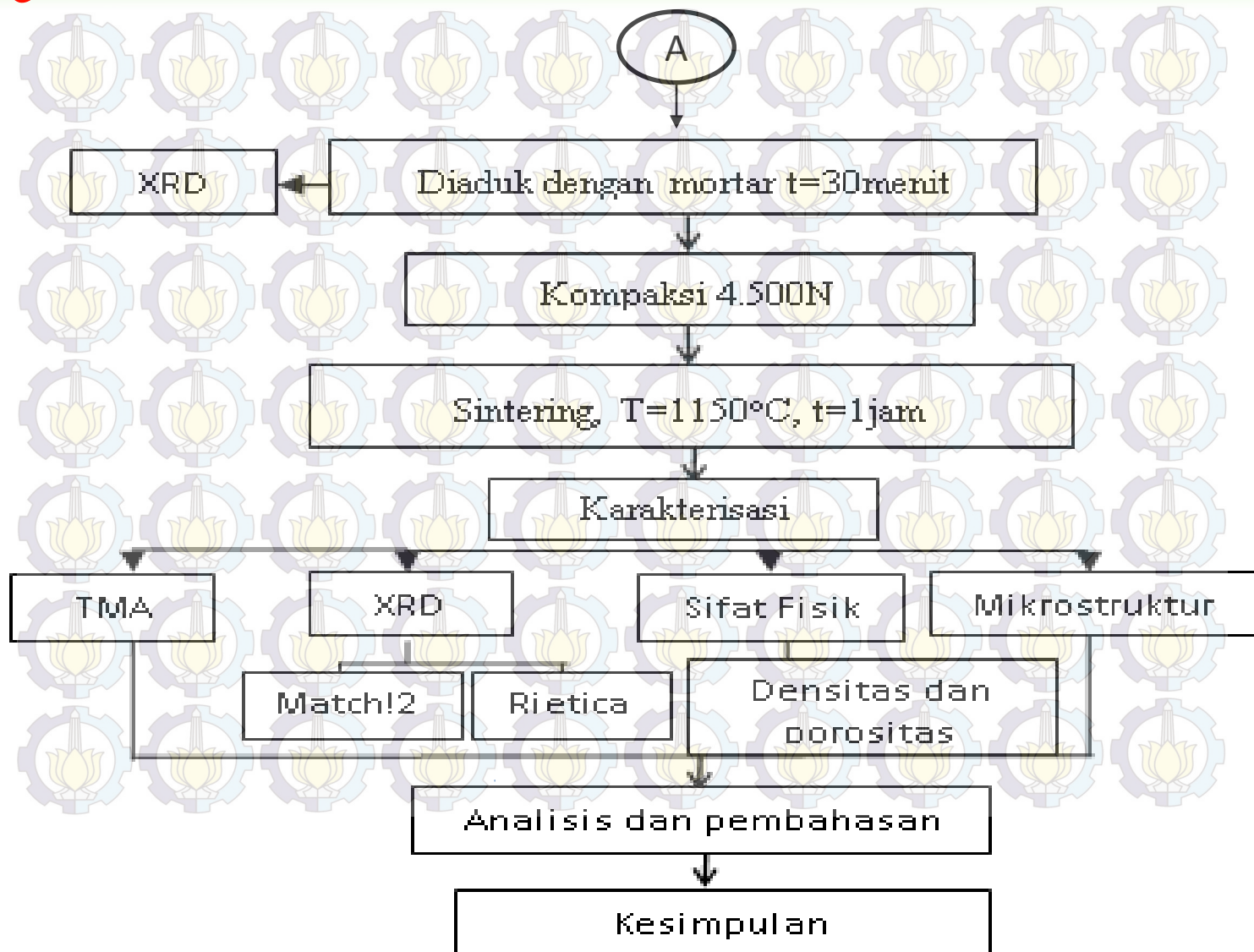


EKSPERIMEN



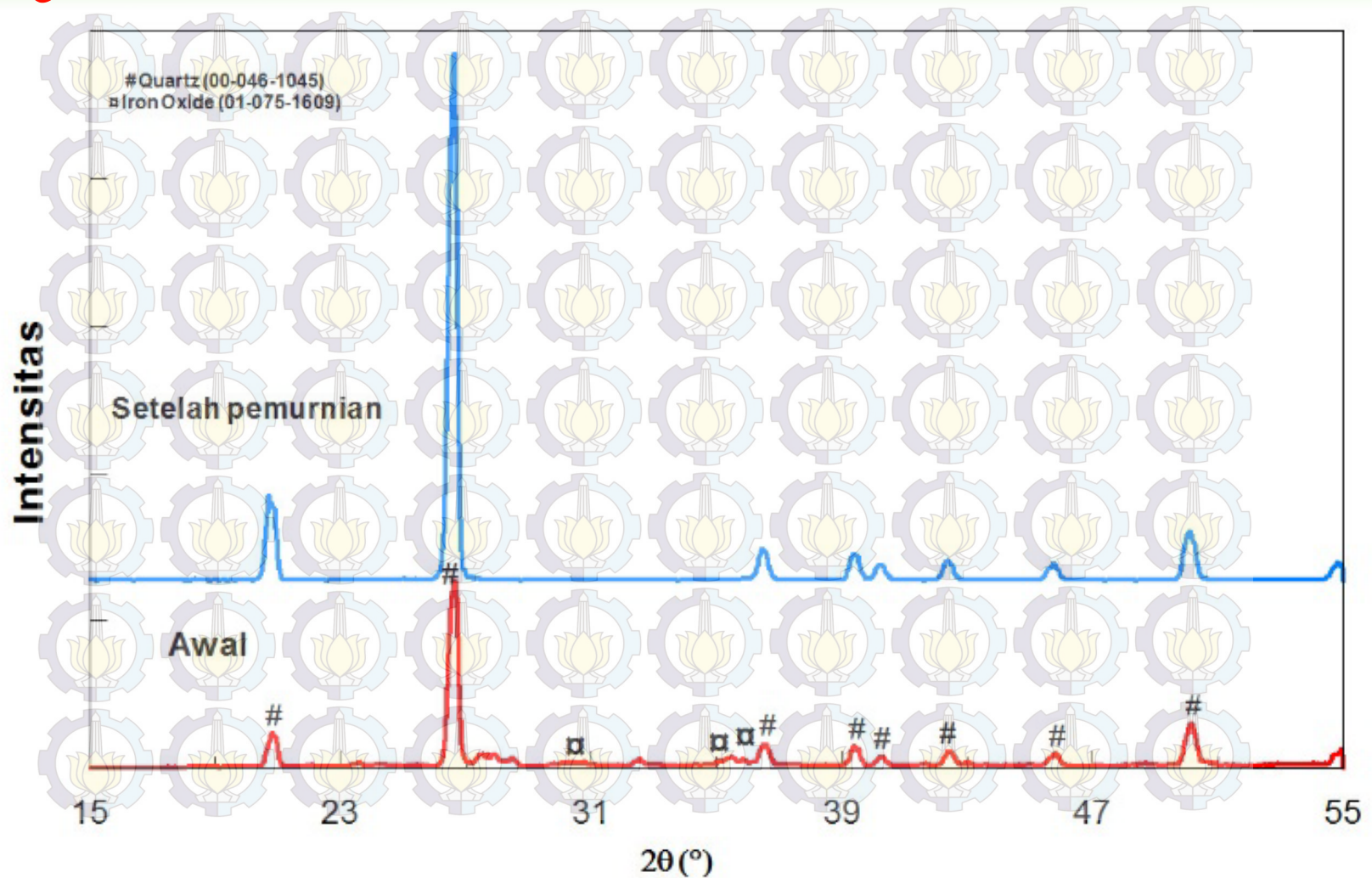


EKSPERIMEN





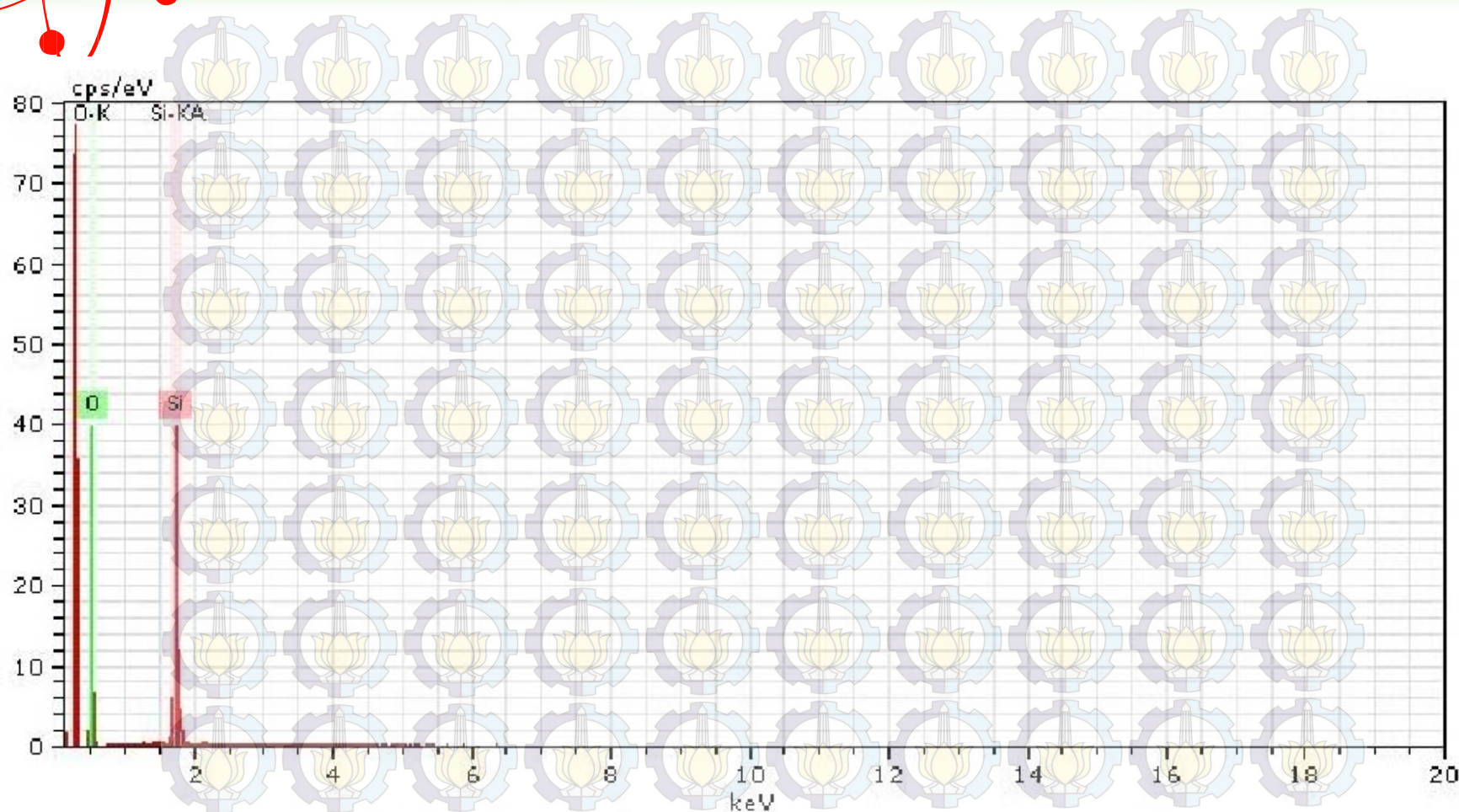
Hasil Pemurnian Silika dengan Pengujian XRD



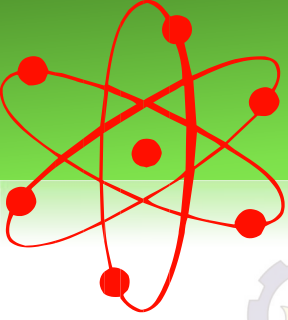
Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K α) dari pasir Tanah Laut awal dan setelah pemurnian.



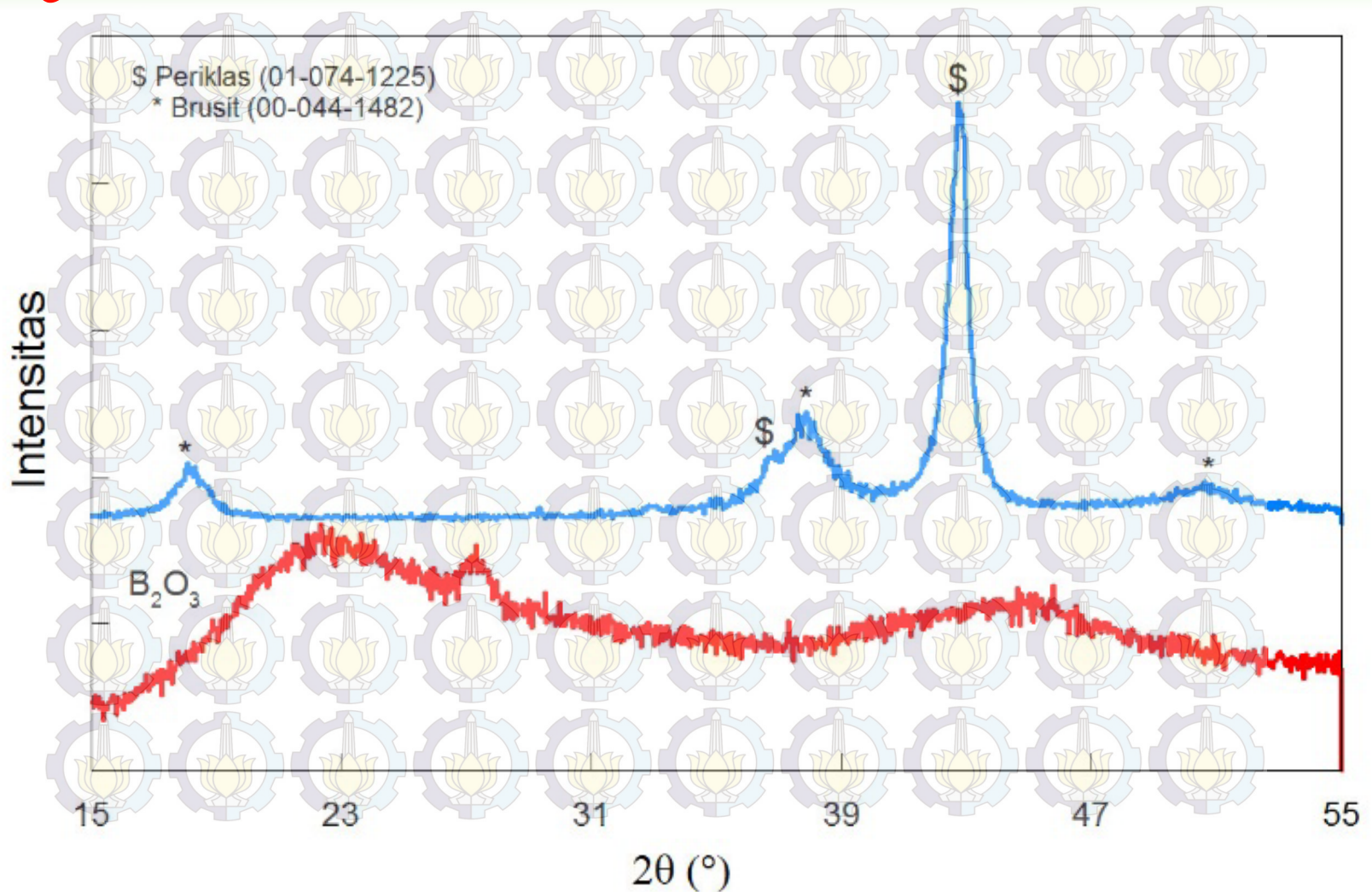
Hasil Pemurnian Silika dengan EDX



Hasil pengujian EDX sampel pasir Tanah Laut setelah pemurnian (pencucian-separasi magnet-penggilingan-pengayakan yang dilakukan berulang).



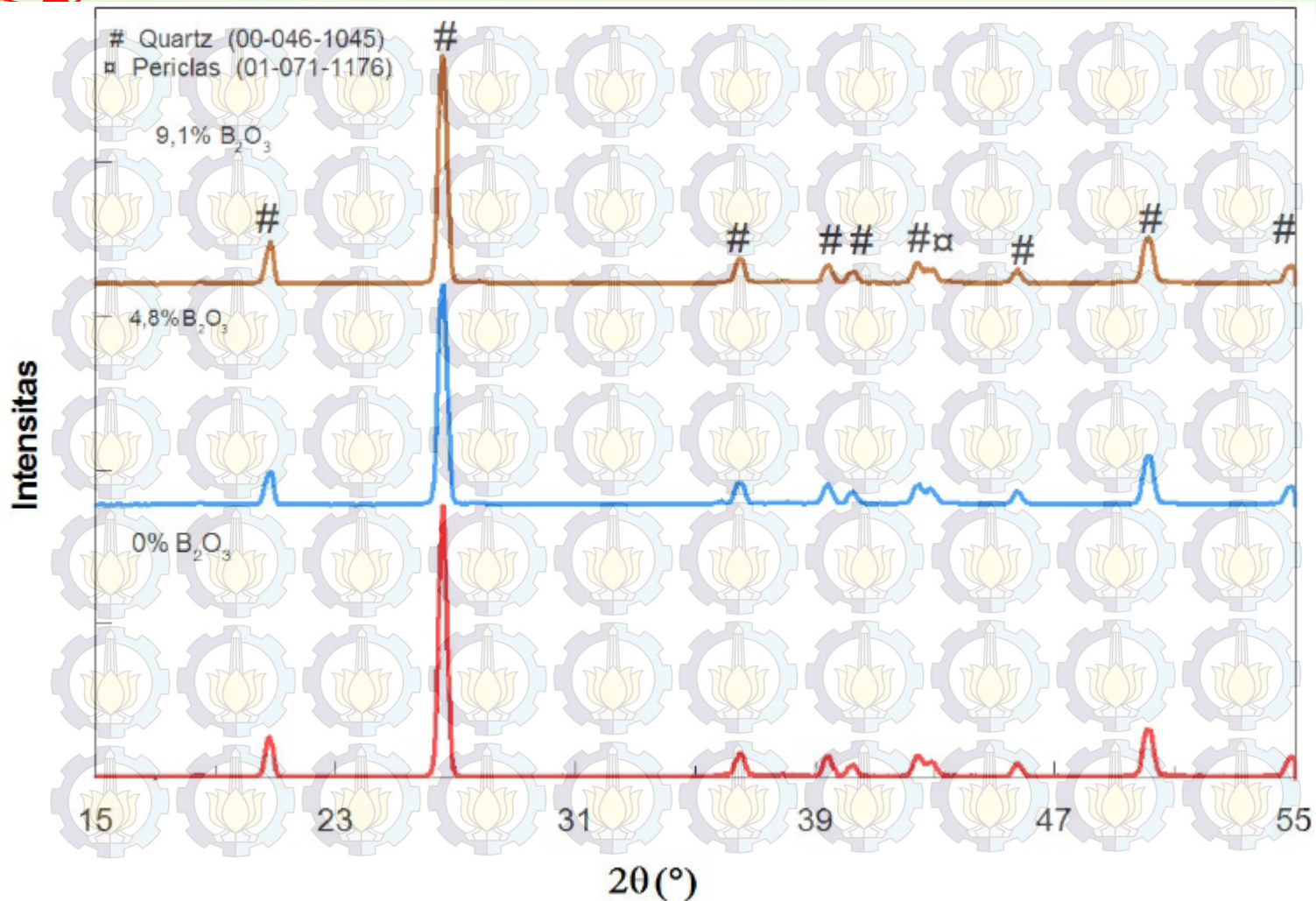
Data XRD MgO dan B₂O₃



Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K α) dari serbuk aditif MgO dan B₂O₃.



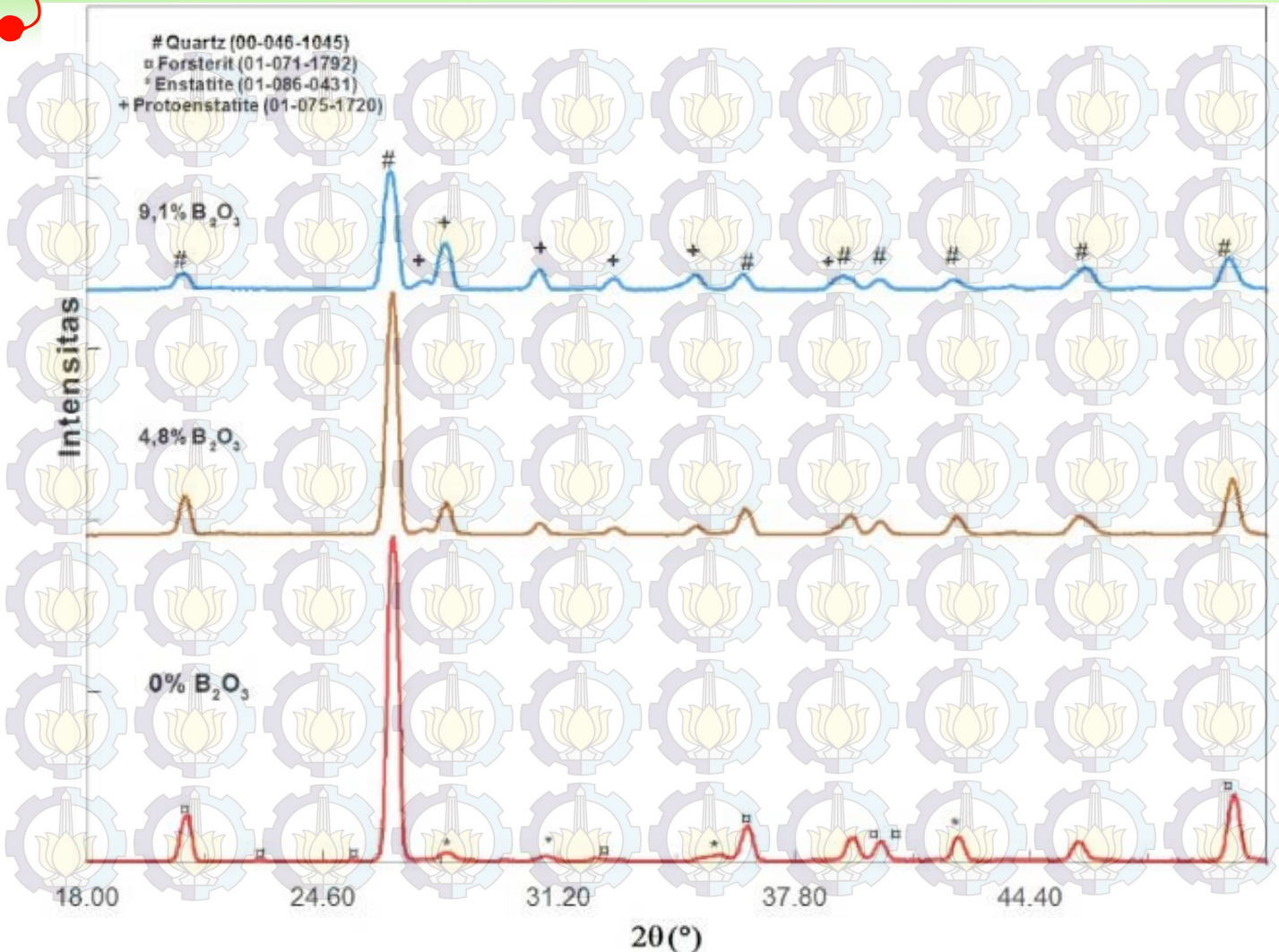
Hasil XRD Komposit Sebelum Sinter



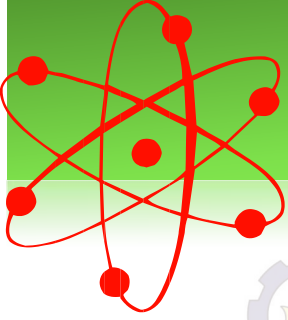
Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K α) campuran pasir $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ dengan penambahan B_2O_3 .



Analisis Kualitatif



Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K α) keramik komposit $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ dengan penambahan B_2O_3 tersinter 1150°C.



Reaksi Sinter Yang Terjadi



Forsterit terbentuk pada permulaan temperatur 800°C (Song et al., 2008)

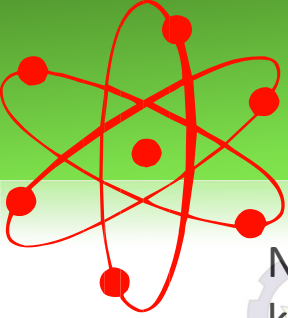


Pada 1.000°C maka mulai terbentuk enstatit yang memiliki struktur orthorombik (Foster, 1951)



Pada temperatur 1.480°C terbentuk protoenstatit (Foster, 1951)

Komposit $\text{SiO}_2\text{-MgO-B}_2\text{O}_3$ mulai terbentuk MgSiO_3 pada temperatur 800°C (Kržmanc et al., 2011),



Hasil Analisis Kuantitatif

Nilai parameter kecocokan hasil penghalusan pola difraksi komposit keramik $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ temperatur sinter 1150°C dengan penambahan B_2O_3 0%, 4,8%, dan 9,1% menggunakan metode rietveld

Sampel	Parameter Kecocokan				Fraksi berat relatif (%)			
	GoF (%)	R_p (%)	R_{wp} (%)	R_{exp} (%)	Kuarsa	Enstatit	Forsterit	Protoenstatit
0% B_2O_3	2,6	9,9	13,9	8,6	73,8 (20)	16,9 (10)	9,3 (15)	-
4,8% B_2O_3	2,1	9,0	12,5	8,6	59,1 (13)	-	-	40,9 (9)
9,1% B_2O_3	2,5	10,6	14,3	9,1	22,6 (10)	-	-	77,4 (44)



Data Densitas dari *Rietica*

□ Data Densitas

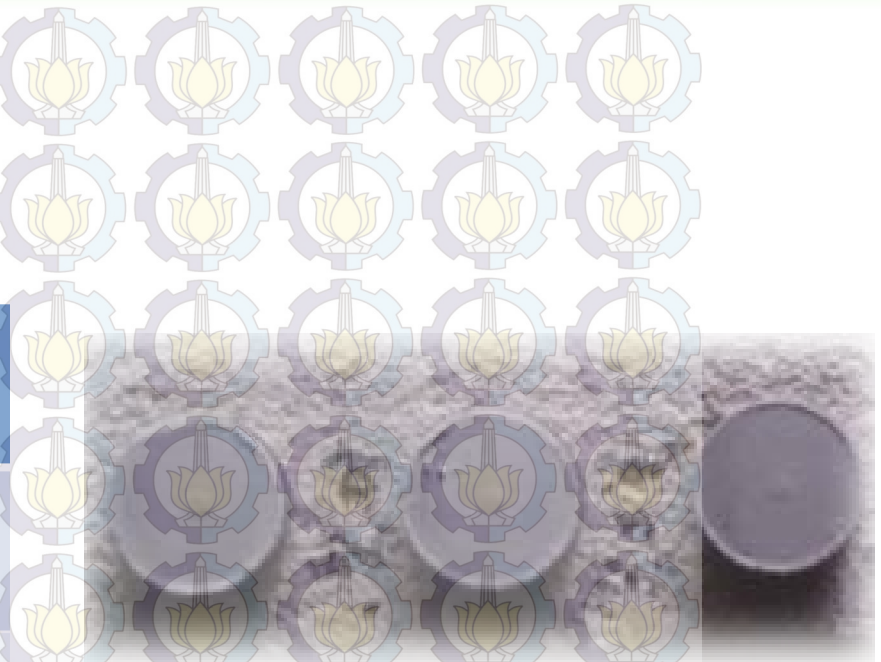
Fasa	Formula	Densitas (gr/cm ³)
Kuarsa	SiO ₂	2,6
Enstatit	MgSiO ₃	3,1
Protoenstatit	MgSiO ₃	2,5
Forsterit	Mg ₂ SiO ₄	3,2
Periklas	MgO	3,6



Hasil Pengujian Dimensi

Dimensi silinder pada proses sinter temperatur 1150°C dengan diameter awal 1,33 mm menggunakan jangka sorong

Sampel	Diameter (mm)	Penyusutan (%)
0% B ₂ O ₃	1,31 (1)	1,4 (1)
4,8% B ₂ O ₃	1,28 (1)	4,6 (1)
9,1% B ₂ O ₃	1,27 (1)	5,4 (1)



Wujud fisik keramik komposit SiO₂-MgO setelah sinter pada temperatur 1150°C selama 1 jam



Perhitungan Densitas dan Porositas

$$D_{as} = \frac{m_d}{m_s - m_i} \times D_i$$

m_d adalah massa kering sampel, m_s adalah massa saturasi(basah) setelah perebusan di akuades, m_i adalah massa sampel tercelup di *aquadest* dan D_i merupakan densitas cairan pada suhu selama pengujian dengan $D_i = 997 \text{ kgm}^{-3}$

$$P_a = \frac{m_s - m_d}{m_s - m_i} \times 100$$



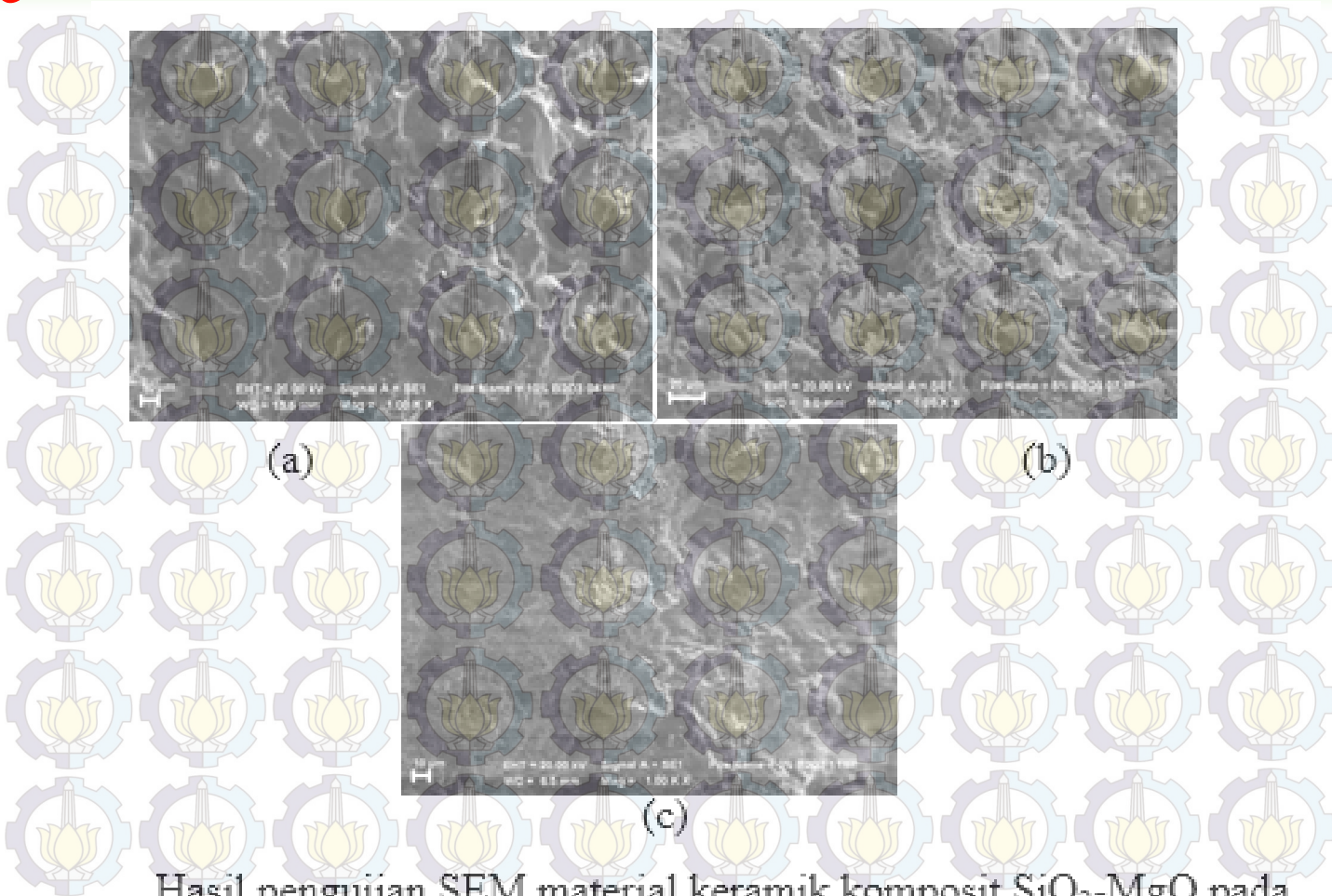
Hasil Pengujian Porositas dan Densitas

Densitas dan porositas sampel-sampel komposit dengan sinter pada temperatur 1150°C.

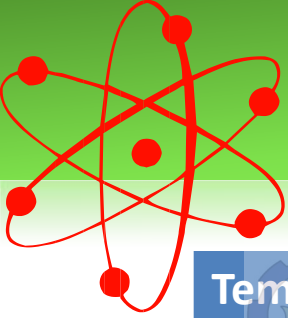
Sampel	m_k (gr)	m_b (gr)	m_s (gr)	D (gr/cm ³)	P (%)
0% B ₂ O ₃	0,7839	0,5156	0,9653	1,7(1)	40,4(1)
4,8% B ₂ O ₃	0,9551	0,5547	1,0567	1,9(1)	20,2(1)
9,1% B ₂ O ₃	0,8482	0,9265	0,9265	1,9(1)	17,1(1)



Gambar SEM



Hasil pengujian SEM material keramik komposit $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ pada perbesaran 1.000x (a) 9,1% B_2O_3 (b) 4,8% B_2O_3 (c) 0% B_2O_3 .



Data Ekspansi Termal

Temperatur	KET (0% B2O3)	KET (4,8% B2O3)	KET (9,1% B2O3)
133.18	11,03	7,93	6,94
240.47	11,38	8,34	7,93
347.77	11,98	9,74	9,89
455.07	12,91	10,67	11,29
562.37	16,12	13,07	13,84
669.67	17,61	13,53	14.1
776.97	15,32	11,82	12,39
884.27	13,62	10,58	11,01
991.56	11,99	9	9,28

Hasil Keluaran Alat TMA di LPPM

KESIMPULAN DAN SARAN





KESIMPULAN

- Telah berhasil disintesis komposit keramik berbasis pasir SiO_2 - MgO dengan variasi penambahan B_2O_3 dan temperatur sinter 1150°C , fasa-fasa yang terbentuk adalah.
 - Kuarsa, forsterit, dan enstatit pada 0% B_2O_3
 - Kuarsa dan Protoenstatit pada 4,8% dan 9,1% B_2O_3
- Dengan penambahan 9,1% B_2O_3 , fraksi berat relatif protoenstatit meningkat.
- Fraksi berat relatif kuarsa semakin turun dengan meningkatnya komposisi B_2O_3 pada komposit tersinter tersinter 1150°C .
- Komposit mengalami penyusutan diameter sebesar
 - 1.4(1)% pada 0% B_2O_3 .
 - 4.6(1)% pada 4,8% B_2O_3 .
 - 5.4(1)% pada 9,1% B_2O_3 .
- Dengan penambahan B_2O_3 , secara umum menurunkan porositas komposit hingga sekitar 23%.
- Analisis nilai KET (koefisien ekspansi termal) terhitung dan menggunakan alat *thermomechanical analyzer* (TMA) didapatkan bahwa pada penambahan 4,8% yang cocok untuk *Seal Fuel Cell*



SARAN

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk dilakukan proses siklus termal yang berulang agar diketahui ketahanan dari material tersebut sehingga dapat diaplikasikan pada *seal fuel cell*

